

5

**Feuilles ou bandes minces en alliage AlFeSi****Domaine de l'invention**

- 10 L'invention concerne des feuilles ou bandes minces, d'épaisseur inférieure à 200  $\mu\text{m}$ , et de préférence à 50  $\mu\text{m}$ , en alliage d'aluminium au fer et au silicium, substantiellement exempt de manganèse, ainsi qu'un procédé de fabrication de telles feuilles ou bandes. Ces bandes peuvent être obtenues par coulée semi-continue de plaques conventionnelle ou par coulée continue, par exemple la coulée continue entre  
15 courroies (« twin-belt casting ») ou entre cylindres (« twin-roll casting »).

**Etat de la technique**

- 20 La tendance du marché des feuilles minces en alliage d'aluminium conduit à une réduction constante des épaisseurs utilisées pour une application donnée, tout en exigeant des caractéristiques mécaniques élevées et une bonne formabilité.

On utilise souvent pour les feuilles minces des alliages à très faible teneur en manganèse, comme par exemple l'alliage 8111 de composition (% en poids) enregistrée à l'Aluminum Association :

- 25 Si : 0,30 – 1,1 Fe : 0,40 – 1,0 Cu < 0,10 Mn < 0,10

L'absence de manganèse permet d'obtenir plus facilement la recristallisation au recuit final, mais la résistance à la rupture  $R_m$  reste insuffisante pour les épaisseurs inférieures à 100  $\mu\text{m}$ .

- 30 Il est donc nécessaire de développer de nouveaux alliages et/ou d'optimiser les gammes de transformation pour répondre à la demande du marché.

Pour augmenter la résistance mécanique, il est habituel d'ajouter du manganèse, comme par exemple dans l'alliage 8006, dont la composition enregistrée à l'Aluminum Association est la suivante (% en poids) :

- 35 Si < 0,40 Fe : 1,2 – 2,0 Cu < 0,30 Mn : 0,30 – 1,0 Mg < 0,10

L'ajout de manganèse a en effet pour résultat de durcir le matériau. Dans le cas du brevet US 6,517,646 de la demanderesse, les caractéristiques mécaniques obtenues avec un alliage de composition : Si = 0,23%, Fe = 1.26%, Cu = 0.017%, Mn = 0.37%, Mg = 0.0032%, Ti = 0.008%, en combinaison avec une gamme de transformation favorable, conduit à une valeur de  $R_m$  de 103 MPa pour une épaisseur de 6.6µm.

On peut également améliorer les caractéristiques mécaniques par ajout de manganèse en faible quantité dans des alliages de la série 8000 chargés en fer. La demande de brevet WO 02/64848 (Alcan International) décrit la fabrication par coulée continue de bandes minces en alliage AlFeSi contenant de 1,2 à 1,7% Fe et de 0,35 à 0,8% Si. On obtient une résistance mécanique élevée en ajoutant à l'alliage de 0,07 à 0,20% de manganèse. Cette addition de manganèse est reconnue nécessaire pour obtenir une faible taille de grains après le recuit final.

Le manganèse apparaît donc comme un élément permettant d'augmenter les caractéristiques mécaniques des alliages 8000. Cependant, le manganèse en solution solide ou sous forme de fins précipités peut bloquer ou retarder la recristallisation au cours du recuit final. Il est donc nécessaire de contrôler précisément la précipitation des phases contenant du manganèse au cours de chaque étape de la gamme, ce qui se révèle souvent délicat. Toute dérive dans la gamme de transformation a des conséquences non négligeables sur l'efficacité du recuit final. Il est donc très intéressant de développer un alliage qui ne contienne pas de manganèse, mais présente néanmoins des caractéristiques mécaniques élevées.

Les brevets US 5,503,689 (Reynolds Metals) décrit un procédé de fabrication d'une bande mince en alliage contenant de 0,30 à 1,1% Si et de 0,40 à 1,0% Fe, moins de 0,25% Cu et moins de 0,1% Mn, par coulée continue et laminage à froid sans recuit intermédiaire. Les teneurs préférentielles en fer et silicium se situent entre 0,6 et 0,75%.

Le brevet US 5,725,695 (Reynolds Metals) décrit pour le même domaine de composition une gamme avec recuit intermédiaire entre 400 et 440°C (750 – 825°F) et recuit final de recristallisation à 288°C (550°F). Le rapport des teneurs Si/Fe est

égal ou supérieur à 1. Dans les exemples, la résistance à la rupture maximale obtenue est 90 MPa (13.13 ksi), la limite d'élasticité maximale est 39.1 MPa (5.68 ksi), et l'allongement est 11,37% pour des épaisseurs de 46µm (0.00185'). Ces caractéristiques mécaniques restent encore faibles pour certaines applications.

5

Pour les alliages obtenus par coulée continue, il est souvent nécessaire d'effectuer un traitement thermique à haute température afin de réduire la nocivité des ségrégations, en résorbant les amas de précipitation et en homogénéisant la structure dans l'épaisseur. L'effet d'une homogénéisation à 600°C est décrit pour l'alliage 8011 (de  
10 composition : 0.71%Fe, 0.77%Si, 0.038%Cu, 0.006%Mn, 98.45%Al) obtenu par coulée entre cylindres dans l'article de Y. Birol « Centerline Segregation in a Twin-Roll Cast AA8011 Alloy » Aluminium, 74, 1998, pp. 318-321. On obtient une modification des phases précipitées et une réduction des hétérogénéités. La réduction de la ségrégation centrale permet par la suite de limiter la porosité des feuilles très  
15 minces, et d'améliorer leur formabilité.

Il est intéressant pour des raisons économiques de limiter la température de traitement thermique. Pour un alliage 8111 de composition : 0.7%Fe, 0.7%Si, Mn < 0,02, Zn < 0,02, Cu < 0,02, on observe un début de transformation des phases et une  
20 recristallisation totale dès 460°C, même si un recuit à 550-580°C est nécessaire pour obtenir une transformation plus complète (cf. M. Slamova et al. « Response of AA8006 and AA8111 Strip-Cast Rolled Alloys to High Temperature Annealing », ICAA-6, 1998). Une homogénéisation à basse température est donc envisageable pour les alliages sans manganèse.

25

Par ailleurs, dans la transformation successive à l'homogénéisation, jusqu'à de faibles épaisseurs, il est habituel d'introduire une étape de recuit intermédiaire, afin d'adoucir le métal. Pour les alliages au manganèse, le contrôle du recuit intermédiaire nécessite en général un traitement thermique à haute température (au-  
30 dessus de 400°C), afin d'obtenir une recristallisation.

Pour les alliages de type 8000 sans manganèse, on peut envisager de réaliser un traitement thermique à une température plus basse que pour les alliages de type 8006.

La demande de brevet WO 99/23269 (Nippon Light Metal et Alcan International) décrit un procédé applicable aux alliages AlFeSi contenant de 0,2 à 1% Si et de 0,3 à 1,2% Fe, avec un rapport Si/Fe compris entre 0,4 et 1,2, dans lequel le recuit intermédiaire est effectué en deux étapes, la première entre 350 et 450°C, la seconde entre 200 et 330°C. Le but de ce procédé est de réduire les défauts de surface de la feuille. Les caractéristiques mécaniques ne sont pas mentionnées.

L'invention a pour but d'obtenir des feuilles ou bandes minces en alliage AlFeSi sans addition de manganèse, présentant une résistance mécanique élevée, tout en conservant une bonne formabilité, avec une gamme de fabrication industrielle aussi économique que possible.

### Objet de l'invention

L'invention a pour objet une feuille mince d'épaisseur comprise entre 6 et 200  $\mu\text{m}$ , et de préférence entre 6 et 50  $\mu\text{m}$ , en alliage de composition (% en poids) :

Si : 1,0 – 1,5    Fe : 1,0 – 1,5    Cu < 0,2    Mn < 0,1    autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste Al, avec de préférence la condition Si/Fe  $\geq 0,95$ , présentant à l'état recuit une résistance à la rupture  $R_m > 110 \text{ MPa}$  pour les épaisseurs > 9  $\mu\text{m}$ , et > 100 MPa pour les épaisseurs de 6 à 9  $\mu\text{m}$ . La feuille mince a, de préférence, une limite d'élasticité  $R_{0,2}$  (mesurée sur éprouvettes cisailées) > 70 MPa. L'allongement à la rupture est supérieur aux valeurs suivantes en fonction de l'épaisseur de la feuille :

Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	A (%) supérieur à	et de préférence à
6 – 9	3	4
9 – 15	5	7
15 – 25	10	15
25 – 50	18	25
50 – 200	20	25

L'alliage a, de préférence, une teneur en silicium comprise entre 1,1 et 1,3% et une teneur en fer comprise entre 1,0 et 1,2%.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication de bandes minces d'épaisseur inférieure à 200  $\mu\text{m}$  en alliage Al-Fe-Si de composition (% en poids) :

Si : 1,0 – 1,5    Fe : 1,0 – 1,5    Cu < 0,2    Mn < 0,1    autres éléments < 0,05

- 5 chacun et < 0,15 au total, reste Al, avec de préférence la condition  $\text{Si/Fe} \geq 0,95$ ,  
comportant la préparation d'une première bande soit par coulée semi-continue verticale d'une plaque et laminage à chaud, soit par coulée continue éventuellement suivie d'un laminage à chaud, le laminage à froid de cette première bande jusqu'à l'épaisseur finale avec éventuellement un recuit intermédiaire de 2 à 20 h à une  
10 température comprise entre 250 et 350°C, et de préférence entre 280 et 340°C, et un recuit final à une température comprise entre 200 et 370°C.

### Description de l'invention

- 15 Les feuilles ou bandes minces selon l'invention sont fabriquées à partir d'alliages 8000 AlSiFe pratiquement exempts de manganèse, avec une teneur typiquement inférieure à 0,1%. Les teneurs en fer et en silicium sont significativement plus élevées que celles des alliages 8011 et 8111, qui sont les alliages AlSiFe pour feuilles minces sans manganèse les plus couramment utilisés. Un domaine de composition  
20 préférentiel est un alliage contenant de 1,1 à 1,3% de silicium et de 1,0 à 1,2% de fer.

- Les alliages selon l'invention doivent avoir de préférence une composition telle que le rapport Si/Fe des teneurs respectives en silicium et en fer soit  $\geq 0,95$ . Ils présentent à l'état recuit (état O) une résistance mécanique inhabituelle pour des alliages de  
25 cette composition, avec une résistance à la rupture  $R_m > 110 \text{ MPa}$ , voire 115 MPa, pour les épaisseurs > 9  $\mu\text{m}$  et > 100 MPa pour les épaisseurs de 6 à 9  $\mu\text{m}$ , et une limite d'élasticité conventionnelle à 0,2%  $R_{0,2} > 70 \text{ MPa}$ . Cette résistance mécanique élevée n'est pas obtenue aux dépens de la formabilité, car, par rapport aux alliages 8011 ou 8111, les allongements sont au moins les mêmes, et les pressions d'éclatement sont augmentées.  
30

Ces propriétés mécaniques élevées sont obtenues aussi bien pour des bandes produites à partir de plaques obtenues par coulée semi-continue verticale

conventionnelle et laminées à chaud, que pour des bandes issues de coulée continue, soit entre courroies (« belt casting »), soit entre cylindres (« roll casting »). La coulée continue entre courroies est suivie également d'un laminage à chaud.

- 5 Les bandes laminées à chaud ou brutes de coulée dans le cas de la coulée continue entre cylindres sont éventuellement soumises à une homogénéisation basse température (entre 450 et 500°C) pour réduire la ségrégation centrale qui peut être source d'une réduction de la formabilité à épaisseur finale. Ce traitement thermique basse température est suffisant pour résorber les ségrégations centrales éventuelles
- 10 dans ces alliages sans manganèse. Les bandes sont ensuite laminées à froid, soit jusqu'à l'épaisseur finale, soit jusqu'à une épaisseur intermédiaire comprise entre 0,5 et 5 mm, à laquelle elles sont soumises à un recuit intermédiaire. Contrairement aux alliages contenant du manganèse, il est possible d'effectuer ce recuit intermédiaire à une température relativement basse, comprise entre 250 et 350°C, et de préférence
- 15 entre 280 et 340°C, pendant une durée supérieure à 2 h. Un tel domaine de température, bien que décrit dans la littérature, notamment dans la demande de brevet WO 02/064848 mentionnée plus haut, se situe en dessous du domaine habituel qui est au-dessus de 400°C.
- 20 La demanderesse a constaté que l'application à un alliage AlFeSi, plus particulièrement de composition telle que  $\text{Si/Fe} \geq 0,95$ , de traitements thermiques basse température, avec éventuellement la suppression du recuit intermédiaire lorsque c'est techniquement possible, conduisait à une résistance mécanique nettement améliorée, d'au moins 15% par rapport au recuit intermédiaire habituel.
- 25 Cette résistance mécanique supérieure est obtenue tout en améliorant la formabilité mesurée par la pression d'éclatement ou la hauteur de dôme selon la norme ISO 2758.

Le recuit final s'effectue à une température comprise entre 200 et 370°C pour une

30 durée comprise entre 1 et 72 h. Les durées du recuit sont conditionnées par la qualité du dégraissage de la feuille. On obtient après recuit final une structure à grains fins, avec une taille moyenne de grain, mesurée par analyse d'images au microscope électronique à balayage, inférieure à 3  $\mu\text{m}$ .

La conjonction d'une homogénéisation à basse température ou d'une absence d'homogénéisation et d'un recuit intermédiaire à basse température ou totalement supprimé, en plus de son avantage économique, se révèle favorable à l'obtention d'une fine taille de grains. La taille de grains est réduite d'environ 30% par comparaison avec des traitements thermiques à plus haute température, ce qui conduit donc à une augmentation des caractéristiques mécaniques  $R_{0,2}$  et  $R_m$ , qui, pour les épaisseurs minces, sont liées au nombre de joints de grains. Ce gain ne se fait pas au détriment de l'allongement, car l'augmentation du nombre de grains dans l'épaisseur limite aussi le risque d'endommagement localisé dans un ou deux grains uniques de l'épaisseur de la feuille.

Les feuilles minces selon l'invention sont particulièrement adaptées aux applications nécessitant à la fois une bonne résistance mécanique et une formabilité élevée, comme par exemple la fabrication de complexes multicouches, notamment pour les opercules d'emballages de produits frais, de coiffes de surbouchage ou d'aluminium ménager.

### Exemples

#### Exemple 1

Dans le but de montrer l'influence de la composition de l'alliage, on a fabriqué, en coulée continue entre cylindres, deux bandes d'épaisseur 6,1 mm en alliages A selon l'invention et B de type 8111, de composition (% en poids) indiquée au tableau 1 :

Tableau 1

All.	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ti	B
A	1,17	1,11	0,001	0,003	0,0004	0,0007	0,006	0,0005
B	0,7	0,7	0,001	0,003	0,0005	0,001	0,007	0,0005

Les bandes ont été laminées à froid jusqu'à l'épaisseur 2 mm, puis soumises à un recuit intermédiaire de 5 h à 320°C. Les bandes ont ensuite été laminées à froid en plusieurs passes jusqu'à l'épaisseur finale de 38  $\mu\text{m}$ . Elles ont ensuite été soumises à un recuit final de 40 h à 270°C.

5

On a mesuré dans chaque cas les caractéristiques mécaniques : résistance à la rupture  $R_m$  (en MPa), limite d'élasticité conventionnelle à 0,2%  $R_{0,2}$  et allongement A (en %) selon la norme NF-EN 546-2, ainsi que la pression d'éclatement à l'air  $P_e$  (en kPa) mesurée selon la norme ISO 2758 et la hauteur de dôme  $H_d$  (en mm). Les résultats

10 sont indiqués au tableau 2 :

Tableau 2

Alliage	$R_m$ (MPa)	$R_{0,2}$ (MPa)	A (%)	$P_e$ (kPa)	$H_d$
A	123	76	30	394	9,2
B	104	54	15,8	284	6,6

15 On constate que, contrairement à l'alliage B de type 8111, la résistance à la rupture de la bande en alliage A est largement supérieure à 110 MPa, et la limite élastique supérieure à 70 MPa. De plus, la pression d'éclatement et l'allongement sont également supérieurs, de sorte que cet alliage est à la fois résistant et formable.

## 20 Exemple 2

On a coulé en coulée continue entre cylindres une bande en alliage A de l'exemple 1 d'épaisseur 6,1 mm. La bande a été ensuite laminée à froid jusqu'à l'épaisseur de 2 mm. Une partie de la bande a été soumise à un recuit intermédiaire habituel pour un alliage de ce type de 5 h à 500°C. L'autre partie de la bande a subi un recuit  
25 intermédiaire selon l'invention de 5 h à 320°C. Les deux parties de la bande ont ensuite été laminées à froid en plusieurs passes jusqu'à l'épaisseur finale de 10,5  $\mu\text{m}$ . Elles ont ensuite été soumises à un recuit final de 40 h à 270°C.



On a mesuré les mêmes propriétés que dans l'exemple 1, dont les valeurs sont indiquées au tableau 3 :

Tableau 3

5

Recuit inter	R <sub>m</sub> (MPa)	R <sub>0.2</sub> (MPa)	A (%)	Pe (kPa)	Hd (mm)
470°C	99	63	7,3	71	5,1
320°C	117	84	8,1	92	5,7

On constate que l'abaissement de la température du recuit intermédiaire conduit à la fois à une augmentation de la résistance mécanique, de l'allongement, de la résistance à l'éclatement et de la formabilité.

- 10 La taille moyenne de grain, mesurée par analyse d'images au MEB, est de 3,6 µm pour le recuit à 470°C, et de 2,3 µm pour le recuit à 320°C. L'augmentation des caractéristiques mécaniques pour le recuit à basse température est donc liée à une réduction de la taille de grains obtenue après recuit final.

15

### Revendications

- 5 1. Feuille ou bande mince d'épaisseur comprise entre 6 et 200  $\mu\text{m}$ , et de préférence entre 6 et 50  $\mu\text{m}$ , en alliage de composition (% en poids) :
- Si : 1,0 – 1,5 Fe : 1,0 – 1,5 Cu < 0,2 Mn < 0,1 autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste Al, présentant à l'état recuit une résistance à la rupture  $R_m > 110 \text{ MPa}$  pour les épaisseurs > 9  $\mu\text{m}$ , et > 100 MPa pour les épaisseurs de 6 à 9  $\mu\text{m}$ .
- 10 2. Feuille ou bande mince selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle présente à l'état recuit une résistance à la rupture  $R_m > 115 \text{ MPa}$  pour les épaisseurs > 9  $\mu\text{m}$ .
- 15 3. Feuille ou bande mince selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle présente à l'état recuit une limite d'élasticité  $R_{0,2} > 70 \text{ MPa}$ .
- 20 4. Feuille ou bande mince selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'elle présente un allongement à la rupture A en fonction de l'épaisseur :

Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	A (%) supérieur à	et de préférence à
6 – 9	3	4
9 – 15	5	7
15 – 25	10	15
25 – 50	18	25
50 - 200	20	25

5. Feuille ou bande mince selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que l'alliage a une composition telle que  $\text{Si/Fe} \geq 0,95$ .

6. Feuille ou bande mince selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'alliage a une teneur en silicium comprise entre 1,1 et 1,3% et une teneur en fer comprise entre 1,0 et 1,2%.
- 5 7. Procédé de fabrication de bandes minces d'épaisseur inférieure à 200  $\mu\text{m}$  en alliage Al-Fe-Si de composition (% en poids) :
- Si : 1,0 – 1,5    Fe : 1,0 – 1,5    Cu < 0,2    Mn < 0,1    autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste Al,
- 10 comportant la préparation d'une première bande soit par coulée semi-continue verticale d'une plaque et laminage à chaud, soit par coulée continue éventuellement suivie d'un laminage à chaud, le laminage à froid de cette première bande jusqu'à l'épaisseur finale avec éventuellement un recuit intermédiaire à une température comprise entre 250 et 350°C, et de préférence entre 280 et 340°C, et un recuit final à une température comprise
- 15 entre 200 et 370°C.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'alliage a une composition telle que  $\text{Si/Fe} \geq 0,95$ .
- 20 9. Procédé selon l'une des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce qu'avant laminage à froid, la première bande est soumise à une homogénéisation à une température comprise entre 450 et 500°C.
10. Procédé selon l'une des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que la bande
- 25 est préparée par coulée continue entre cylindres.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**